

SAH
3

2-26-02
PATENT

Our Reference: MOR-230-A

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

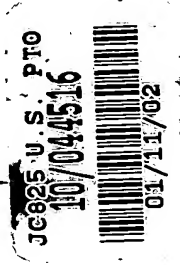
Applicants: Kazuki Kawata, Hatsuo Sato, Shigeta Asai, and
Yoshiyuki Sekiya

Serial Number: ~~Unknown~~ 10/044516

Filing Date: ~~Concurrent~~ 1-11-02

Examiner/Art Group Unit: ~~Unknown~~ Kastler/1742

Title: CARBURIZING METHOD AND
CARBURIZING APPARATUS



SUBMITTAL OF PRIORITY DOCUMENT(S)

Assistant Commissioner of Patents
Washington, D.C. 20231

Sir:

The attorney for Applicant(s) respectfully submits, for filing with the
subject patent application, the priority document Japanese Application No. 2001-
012,434.

Respectfully submitted,

YOUNG & BASILE, P.C.

Darlene P. Condra

Darlene P. Condra
Attorney for Applicant(s)
Registration No. 37113
(248) 649-3333

3001 West Big Beaver Rd., Suite 624
Troy, Michigan 48084-3107

Dated: January 11, 2002
DPC/dge

JAPAN PATENT OFFICE

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

Date of Application: January 19, 2001

Application Number : Patent Application No. 2001-012,434

Applicant : ORIENTAL ENGINEERING CO., LTD.

Dated this 30th day of November 2001

Commissioner, Kozo OIKAWA
Japan Patent Office

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE



別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2001年 1月19日

出 願 番 号

Application Number:

特願2001-012434

出 願 人

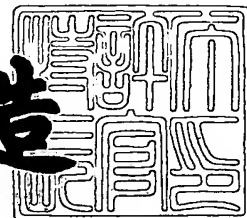
Applicant(s):

オリエンタルエンジニアリング株式会社

2001年11月30日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3104614

【書類名】 特許願

【整理番号】 001005

【提出日】 平成13年 1月19日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C23C 8/22

【発明者】

 【住所又は居所】 埼玉県大宮市春野1丁目4番3-306号

 【氏名】 河田 一喜

【発明者】

 【住所又は居所】 埼玉県富士見市鶴馬1-8-23 谷津ハイツ202

 【氏名】 佐藤 初男

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都渋谷区代々木4-42-2 印刷局宿舎2-206

 【氏名】 浅井 茂太

【発明者】

 【住所又は居所】 埼玉県川越市石原町2-46-1 ミッシェル101号

 【氏名】 関谷 慶之

【特許出願人】

 【識別番号】 391024205

 【氏名又は名称】 オリエンタルエンジニアリング株式会社

 【代表者】 山方 三郎

【代理人】

 【識別番号】 100066980

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 森 哲也

【選任した代理人】

 【識別番号】 100075579

 【弁理士】

【氏名又は名称】 内藤 嘉昭

【選任した代理人】

【識別番号】 100103850

【弁理士】

【氏名又は名称】 崔 秀▲てつ▼

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 001638

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9707647

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 浸炭方法及び浸炭装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 1 3 ～ 4 0 0 0 P a の圧力下、一酸化炭素の割合が 3 0 v o l % 以下である雰囲気ガス中で浸炭を行うに際して、

浸炭時の前記雰囲気ガスの組成を分析し、その分析結果に応じて、温度、圧力、及び前記雰囲気ガスの組成のうち少なくとも一つを調整しながら浸炭を行うことを特徴とする浸炭方法。

【請求項 2】 浸炭時の前記雰囲気ガスの組成を、前記雰囲気ガス中の酸素量を測定することにより分析することを特徴とする請求項 1 記載の浸炭方法。

【請求項 3】 浸炭時の前記雰囲気ガスの組成を、前記雰囲気ガスの熱伝導度を測定することにより分析することを特徴とする請求項 1 記載の浸炭方法。

【請求項 4】 浸炭時の前記雰囲気ガスの組成を、前記雰囲気ガス中の水素量を測定することにより分析することを特徴とする請求項 1 記載の浸炭方法。

【請求項 5】 浸炭期の圧力が 1 3 ～ 4 0 0 0 P a で、一酸化炭素の割合が 3 0 v o l % 以下である雰囲気ガス中で浸炭を行う浸炭装置において、

被処理品を収納する浸炭室と、

浸炭期の前記浸炭室内の雰囲気ガスの組成を分析するガス分析手段と、

前記ガス分析手段による分析結果に応じて前記浸炭室内の温度を変化させる温度調整手段、前記ガス分析手段による分析結果に応じて前記浸炭室内の圧力を変化させる圧力調整手段、前記ガス分析手段による分析結果に応じて前記浸炭室内の前記雰囲気ガスの組成を変化させる雰囲気ガス組成調整手段、及び前記ガス分析手段による分析結果に応じてその情報を表示する情報表示装置のうち少なくとも一つと、

を備えることを特徴とする浸炭装置。

【請求項 6】 前記ガス分析手段を酸素センサーとしたことを特徴とする請求項 5 記載の浸炭装置。

【請求項 7】 前記ガス分析手段を、前記雰囲気ガスの熱伝導度を測定する計器としたことを特徴とする請求項 5 記載の浸炭装置。

【請求項 8】 前記ガス分析手段を水素センサーとしたことを特徴とする請求項 5 記載の浸炭装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、主に鋼製の部材の浸炭方法及び浸炭装置に係り、特に、浸炭処理の再現性が良好であり、また、優れた品質の浸炭が可能で、さらに、経済的な浸炭方法及び浸炭装置に関する。

【0002】

【従来の技術】

従来の浸炭方法としては、ガス浸炭法、プラズマ浸炭法、真空浸炭法等がある。この中でガス浸炭法は、雰囲気を制御しながら浸炭を行うため、被処理品の表面炭素濃度を安定して制御することができる方法である。そのため、浸炭処理の再現性が良好で且つ品質が高いため、自動車等の産業機械部品に最も多く適用されている。

【0003】

しかしながら、ガス浸炭法は、浸炭ガスの使用量が多い、排気ガスを燃焼させる際に危険性がある、被処理品の表面に粒界酸化が生じる、高温での浸炭が困難である等の問題点がある。

また、プラズマ浸炭法は、ステンレス鋼、Ti 合金等の難浸炭材でも浸炭可能である等の利点を有しているものの、装置の価格が高い、被処理品を密に配置して浸炭処理できない、雰囲気の制御がなされていないため、浸炭処理された被処理品の品質が安定しておらず浸炭処理の再現性が低い等の問題点がある。

【0004】

さらに、真空浸炭法には、大きく分けて 2 つの方式がある。その一方は古くから行われている方式であり、 CH_4 、 C_3H_8 、 C_4H_{10} 等の炭化水素を浸炭ガスとして用い、約 10～70 kPa と高い圧力下で浸炭処理する方式である。この古い方式の真空浸炭法は、粒界酸化が生じない、高温での浸炭が可能で浸炭時間の短縮が可能である等の利点はあるものの、スケーリングが激しいためメンテ

ナンス作業が繁雑に必要でその作業環境も悪い、雰囲気制御を行っていないため浸炭処理の再現性が低い等の問題点がある。

【0005】

一方、新しい方式の真空浸炭法は、10 kPa以下の低い圧力で、 C_3H_8 、 C_2H_2 、 C_2H_4 等の炭化水素を浸炭ガスとして用いて浸炭処理する方式である。この方式の真空浸炭法は、前述の古い方式に比べてスーティングが少ない、粒界酸化が生じない、高温での浸炭が可能で浸炭時間の短縮が可能である等の利点を有している。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、浸炭期の圧力が10 kPa以下である新しい方式の真空浸炭法においても、前述の古い方式と同様に雰囲気制御を行っていないため、浸炭条件が通常とは異なる場合において、前述の古い方式と同様に浸炭処理の再現性が低い等の問題点を有している。

【0007】

なお、浸炭条件が通常とは異なる場合とは、例えば、被処理品の表面積や被処理品の表面の酸化の程度が変わった場合、被処理品の浸炭を行う浸炭室を形成する構築材（壁材）を新品等に交換した場合、前記浸炭室内へのリーク量や前記構築材から揮発するガスの量に変化した場合などである。

また、スーティングの量は古い方式に比べて少量ではあるが、浸炭時に生じるスーティングの程度を何ら監視していないため、完全には解消されていない。

【0008】

そこで本発明は、このような従来技術が有する問題点を解決し、浸炭処理の再現性が良好であり、また、優れた品質の浸炭が可能で、さらに、経済的な浸炭方法及び浸炭装置を提供することを課題とする。

【0009】

【課題を解決するための手段】

前記課題を解決するため、本発明は次のような構成からなる。すなわち、本発明の浸炭方法は、13～4000 Paの圧力下、一酸化炭素の割合が30 vol

%以下である雰囲気ガス中で浸炭を行うに際して、浸炭時の前記雰囲気ガスの組成を分析し、その分析結果に応じて、温度、圧力、及び前記雰囲気ガスの組成のうち少なくとも一つを調整しながら浸炭を行うことを特徴とする。

【0010】

なお、浸炭時の前記雰囲気ガスの組成は、前記雰囲気ガス中の酸素量を測定することにより分析することができる。

また、浸炭時の前記雰囲気ガスの組成は、前記雰囲気ガスの熱伝導度を測定することにより分析してもよい。

さらに、浸炭時の前記雰囲気ガスの組成は、前記雰囲気ガス中の水素量を測定することにより分析してもよい。

【0011】

また、本発明の浸炭装置は、浸炭期の圧力が13～4000Paで、一酸化炭素の割合が30vol%以下である雰囲気ガス中で浸炭を行う浸炭装置において、被処理品を収納する浸炭室と、浸炭期の前記浸炭室内の雰囲気ガスの組成を分析するガス分析手段と、前記ガス分析手段による分析結果に応じて前記浸炭室内の温度を変化させる温度調整手段、前記ガス分析手段による分析結果に応じて前記浸炭室内の圧力を変化させる圧力調整手段、前記ガス分析手段による分析結果に応じて前記浸炭室内の前記雰囲気ガスの組成を変化させる雰囲気ガス組成調整手段、及び前記ガス分析手段による分析結果に応じてその情報を表示する情報表示装置のうち少なくとも一つと、を備えることを特徴とする。

【0012】

なお、前記ガス分析手段は酸素センサーとすることができる。この酸素センサーは、133Pa以下の真空度に耐えうる気密構造を有することが好ましい。そうすれば、浸炭時の雰囲気ガスの組成の分析を問題なく行うことができる。

また、前記ガス分析手段は、前記雰囲気ガスの熱伝導度を測定する計器としてもよい。

【0013】

さらに、前記ガス分析手段は水素センサーとしてもよい。

このように、浸炭時の前記雰囲気ガスの組成を分析し、その分析結果に応じて

、温度、圧力、及び雰囲気ガスの組成のうち少なくとも一つを調整しながら浸炭を行うので、すなわち、前記雰囲気ガスを監視し制御を行いながら浸炭を行うので、被処理品の表面積や被処理品の表面の酸化の程度が変わった場合、被処理品の浸炭を行う浸炭室を形成する構築材（壁材）を新品等に交換した場合、前記浸炭室内へのリーク量や前記構築材から揮発するガスの量に変化した場合等のように浸炭条件が通常の場合とは異なった場合においても、浸炭処理の再現性が優れている。よって、浸炭処理を施した被処理品の品質管理が容易である。

【0014】

雰囲気ガスの組成の調整は、導入する浸炭ガスの種類、量、組成等を制御することによって行うことができる。また、温度、圧力等を制御することによっても行うことができる。

また、浸炭時の前記雰囲気ガスの組成の分析結果が前記情報表示装置によって表示されるから、前記雰囲気ガスの状態（組成）や浸炭処理の状態を監視することが容易である。なお、分析結果の表示は、文字情報を表示することにより行ってもよいし、計器の指針により表示してもよい。また、ランプの点灯、消灯、点滅等のように光を利用したり、ブザーを鳴らす等のように音、音声を利用したりしてもよい。

【0015】

さらに、前記ガス分析手段による雰囲気ガスの分析結果に基づいて、雰囲気ガスの組成や浸炭条件を最適な条件に制御できるので、スレーピングの発生量が極めて少ない。

さらにまた、雰囲気ガスの使用量を必要最低限の量に制御することができるため、経済性にも優れている。

【0016】

さらに、ガス浸炭法が有している排気ガス等の燃焼による危険性及び CO_2 の大量排出による環境悪化の問題もほとんどない。さらに、被処理品の表面に粒界酸化がまったく生じない高品質の浸炭処理が可能である。

以下に、本発明の浸炭方法及び浸炭装置について、詳細に説明する。

〔浸炭処理温度について〕

本発明における処理温度は、浸炭処理の場合は 7 3 0 ~ 1 1 0 0 ℃ が適当であり、また、浸炭窒化処理の場合は 6 5 0 ~ 1 1 0 0 ℃ が適当である。

【 0 0 1 7 】

浸炭処理の処理温度が 7 3 0 ℃ 未満であると、スーティングが起こりやすく、また、1 1 0 0 ℃ 超過では結晶粒の粗大化が起こりやすい。

浸炭窒化処理の場合は、鋼中への窒素の浸透により A_1 変態点が下がるため、処理温度は 6 5 0 ~ 1 1 0 0 ℃ が適当である。6 5 0 ℃ 未満ではスーティングが起こりやすく、また、1 1 0 0 ℃ 超過では結晶粒の粗大化が起こりやすい。

【 0 0 1 8 】

ただし、特殊材料及び特殊用途においては、上記の範囲以外の温度で浸炭処理、浸炭窒化処理しても差し支えない。

〔圧力及び圧力制御方法について〕

浸炭期の圧力は、1 3 ~ 4 0 0 0 P a が適当である。1 3 P a 未満では浸炭力が弱いため、浸炭にバラツキが生じやすい。また、4 0 0 0 P a 超過ではスーティングが激しくなり、浸炭ムラが発生しやすくなるとともに、浸炭装置の浸炭室内のメンテナンスが煩雑になるという問題がある。

【 0 0 1 9 】

浸炭期の圧力を 1 3 ~ 4 0 0 0 P a とすれば、スーティングの発生を抑え、なおかつ、被処理品の表面に均一な深さの浸炭層を形成することができる。このような効果をさらに十分に得るためには、浸炭期の圧力を 1 3 3 ~ 6 6 7 P a とすることが好ましい。

なお、1 3 ~ 4 0 0 0 P a の一定の圧力で浸炭処理を行ってもよいが、被処理品の種類等によっては、1 3 ~ 4 0 0 0 P a の圧力で浸炭処理と 1 3 P a 以下の圧力で浸炭処理とを交互に行って処理してもよい（すなわち、パルス式の圧力で処理を行ってもよい）。

【 0 0 2 0 】

浸炭窒化処理の場合も、浸炭処理と同様の圧力（1 3 ~ 4 0 0 0 P a）で問題なく処理を行うことができるが、浸炭処理よりも若干圧力を高くしてもよい。

浸炭室内の減圧は、慣用の真空ポンプ等によって問題なく行うことができる。

そして、ガスの種類、組成によって左右されない隔膜式真空計等と連動した一般的なコンダクタンスバルブ等を、浸炭室と前記真空ポンプ等との間に設置して、このコンダクタンスバルブ等により浸炭室内の圧力を制御するとよい。

【 0 0 2 1 】

〔浸炭ガス及び雰囲気ガス中の一酸化炭素濃度について〕

雰囲気ガスとして用いる浸炭ガスには、 CH_4 、 C_3H_8 、 C_4H_{10} 、 C_2H_2 、 C_2H_4 、 C_6H_6 、 C_7H_8 等の炭化水素を、気体、液体に限らず使用することができる。そしてこれらは、単独又は2種以上混合して用いることができる。また、 CH_3OH 、 CH_3COCH_3 、 $\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$ 等のC、H、Oを含む化合物を、浸炭ガスとして用いてもよい。さらに、 N_2 、 H_2 、 CO_2 、 H_2O 、Ar、He、 O_2 、空気等を、上記の炭化水素やC、H、Oを含む化合物と組み合わせて、浸炭室内に導入してもいい。

【 0 0 2 2 】

特に、 C_4H_{10} 単独又は C_4H_{10} を50vol%以上含む浸炭ガスは、価格が安い、 C_2H_2 と比較して危険性が低い、 CH_4 や C_3H_8 と比較して浸炭力が強い、スーティングが少ない、浸炭ムラが少ないなど浸炭の品質が優れている等の利点を有している。

ただし、浸炭期においては、浸炭室内の全雰囲気ガス中の一酸化炭素(CO)の割合を30vol%以下とすることが好ましい。COの割合が30vol%超過であると浸炭力が弱くなり、浸炭速度も遅くなる。また、粒界酸化も発生してくるおそれがある。このような悪影響をより十分に抑えるためには、COの割合を20vol%以下とすることがさらに好ましい。

【 0 0 2 3 】

〔浸炭室へのガス導入方法及び排気方法について〕

浸炭ガスを浸炭室へ導入する導入口は、1個でも差し支えないが、可能であれば2個以上設けることが好ましい。さらに、それらの各導入配管の途中に空気作動弁等を取り付け、その空気作動弁の切り替えによって各導入口から時間差をつけて導入することが好ましい。

【 0 0 2 4 】

前記導入口の開口部は直径 1 0 m m 以下であることが望ましく、いわゆるノズル状のものが好ましい。

また、雰囲気ガスを浸炭室から排出する排気口も、1 個でも差し支えないが、可能であれば 2 個以上設けることが好ましい。さらに、それらの各導入配管の途中に空気作動弁等を取り付け、その空気作動弁の切り替えによって各排気口から時間差をつけて排出することが好ましい。

【 0 0 2 5 】

さらにまた、前記導入口の空気作動弁と前記排気口の空気作動弁とを、所望の方式で連動させて作動させてもよい。

〔雰囲気ガスの組成を分析するガス分析手段について〕

(a) 減圧下のガスをそのまま分析する機器や、減圧を大気圧に復圧した後に分析する機器としては、四重極質量分析計等の質量分析計やガスクロマトグラフ分析計等が従来知られているが、これらの機器は高価である。また、これらの機器は、通常は、雰囲気ガスを分析し、その結果をフィードバックして雰囲気ガスの制御等を行えるような構成になっていない。したがって、上記のような機器は、これまで量産用の浸炭装置に採用されてはいなかった。

【 0 0 2 6 】

ただし、これらの機器は、分析するガスの種類をある程度限定し、価格を下げ、さらに、分析結果をフィードバックして雰囲気ガスの制御を行える構成にすれば、将来は量産用の浸炭装置に使用できる可能性がある。

(b) 酸素センサー

被処理品の表面積や被処理品の表面の酸化の程度が変わった場合、被処理品の浸炭を行う浸炭室を形成する構築材（壁材）を新品等に交換した場合、前記浸炭室内へのリーク量や前記構築材から揮発するガスの量が変化した場合等は、浸炭時における浸炭室内の雰囲気ガス中の酸素濃度は大きく変化する。

【 0 0 2 7 】

このことを一例をあげて説明する。例えば、一定量の炭化水素を導入しながら浸炭する場合、炭化水素は被処理品に炭素を供給し、なおかつ、被処理品が持ち込んだ酸素やリーク等により浸炭室内に侵入した酸素と反応して消費されるため

、被処理品の全表面積が異なると、浸炭室内の雰囲気ガス中の酸素濃度が変化し、雰囲気ガス中の炭素濃度も変化する。すなわち、一定量の炭化水素を導入しながら浸炭する場合には、被処理品の全表面積が大きいと、被処理品の全表面積が小さい場合よりも浸炭室内の雰囲気ガス中の酸素濃度は高くなる。

【 0 0 2 8 】

上記のように被処理品の全表面積が通常と異なる場合には、雰囲気ガス中の酸素濃度を酸素センサー等により測定し、その測定結果に基づいて適切な酸素濃度となるように炭化水素の導入量を制御すれば（雰囲気ガスの組成を制御すれば）、雰囲気ガス中の炭素濃度を制御できるから、被処理品の浸炭の品質を通常と同様なものにすることができる。

【 0 0 2 9 】

また、被処理品の浸炭を行う浸炭室を形成する構築材（壁材）を新品等に交換した場合や、前記浸炭室内へのリーク量や前記構築材から揮発するガスの量に変化した場合も、上記と同様に浸炭時における浸炭室内の雰囲気ガス中の酸素濃度は変化する。したがって、上記と同様に、雰囲気ガス中の酸素濃度を酸素センサー等により分析し、その分析結果に基づいて適切な酸素濃度となるように炭化水素の導入量を制御すれば、被処理品の浸炭の品質を正常時と同様なものにすることができる。

【 0 0 3 0 】

なお、浸炭性の制御は、上記のように雰囲気ガスの組成を制御することにより行ってもよいが、浸炭室内の温度や圧力を制御することにより行うこともできる。

また、酸素センサーは、スーティングの発生を検知することを利用することも可能である。すなわち、スーティングが生じることなく正常に浸炭が行われている時と、スーティングが生じている時とでは、浸炭室内の雰囲気ガス中の酸素濃度に差異があるからである。

【 0 0 3 1 】

また、スーティングが生じると、例えば炭化水素をいくら導入しても酸素センサーの起電力が低下する現象が起きる。よって、このように起電力に差異が生じ

た場合や起電力の低下度が所定値を超えるような場合には、スーティングが生じていると考えられるから、炭化水素の導入量を少なくするなど雰囲気ガスの組成、量を変更したり、温度、圧力等の浸炭条件を変更したり、あるいはスーティングが生じている旨の表示又は警報を情報表示装置により示すことができる。

【0032】

このような酸素センサーの型式としては間接型、直接型があげられるが、浸炭室内に直接挿入できる直接型酸素センサーが好ましい。また、メタン等の炭化水素の分解に対し触媒作用を生じないような電極を備えた酸素センサーが好ましい。例えば、酸化ジルコニウムを主成分とする固体電解質からなる酸素センサーである。

【0033】

もちろん、酸素センサーは、酸素を測定することができるものであれば、その種類や形式等は特に限定されるものではない。

(c) 熱伝導度を測定する計器

被処理品の表面積や被処理品の表面の酸化の程度が変わった場合、被処理品の浸炭を行う浸炭室を形成する構築材（壁材）を新品等に交換した場合、前記浸炭室内へのリーク量や前記構築材から揮発するガスの量が増加した場合等は、浸炭時における浸炭室内の雰囲気ガスの熱伝導度は大きく変化する。

【0034】

このことを一例をあげて説明する。例えば、一定温度、一定圧力下で一定量の C_3H_8 を導入しながら浸炭する場合、被処理品の全表面積が通常より大きいと、 C_3H_8 が通常より多量に分解される。すると、 C_3H_8 の分解によって生じた H_2 の量が多くなるので、浸炭室内の雰囲気ガスの熱伝導度が大きくなる（ H_2 の熱伝導度は、 C_3H_8 のそれに比べて10倍以上である。）。

【0035】

よって、浸炭室内の雰囲気ガスの熱伝導度を測定し、被処理品の全表面積が通常の場合と同じ熱伝導度になるように C_3H_8 の導入量を増やせば、雰囲気ガス中の炭素濃度を制御できるから、被処理品の浸炭の品質を通常時と同様なものとすることができる。

C_3H_8 が分解し過ぎると、被処理品の中心部まで十分に浸炭を施すことが困難となったり、また、被処理品が孔を有する形状である場合は、孔の内面にまで十分に浸炭を施すことが困難となったりすることがある。そのため、 C_3H_8 量を十分に確保するために、このように雰囲気ガスの熱伝導度を測定して雰囲気ガス中の C_3H_8 量を制御することは好ましい。

【 0 0 3 6 】

また、被処理品の浸炭を行う浸炭室を形成する構築材（壁材）を新品等に交換した場合、前記浸炭室内へのリーク量や前記構築材から揮発するガスの量が変化した場合も、上記と同様に浸炭時における雰囲気ガスの熱伝導度は変化する。したがって、上記と同様に、雰囲気ガスの熱伝導度を前記計器により分析して、適切な熱伝導度となるように C_3H_8 の導入量を制御すれば、被処理品の浸炭の品質を正常時と同様なものにすることができる。

【 0 0 3 7 】

なお、浸炭性の制御は、上記のように雰囲気ガスの組成を制御することにより行ってもよいが、浸炭室内の温度や圧力を制御することにより行うこともできる。

また、雰囲気ガスの熱伝導度を測定して雰囲気ガスの組成及び量を適正な値とすれば、スーティングが生じにくいようにすることができる。

【 0 0 3 8 】

本発明においては、雰囲気ガスの熱伝導度を直接測定する計器を使用してもよいが、熱伝導度を直接測定するのではなく、熱伝導を利用して真空度、温度、抵抗等の別の物理量を測定する計器であっても、何ら問題なく使用することができる。

そのような計器としては、例えば、熱電対真空計、サーミスタ真空計、ピラニー真空計、バイメタル真空計、対流真空計等があげられる。これらの計器は、熱伝導を利用して測定した物理量を最終的には圧力値に変換して出力する計器である。

【 0 0 3 9 】

このなかではピラニー真空計が最も好ましく、さらに、高い圧力においても使

用可能な定温度型ピラニー真空計がより好ましい。

なお、本発明においては、上記の真空計は、浸炭室内の雰囲気ガスの熱伝導度を測定するために使用しているのであって、浸炭室内の圧力は、ガスの種類、組成によって左右されない隔膜式真空計等により測定される。

【0040】

従来は、熱電対真空計、サーミスタ真空計、ピラニー真空計、バイメタル真空計、対流真空計等は、主に到達真空度等の圧力を測定するために使用されており、本発明のようにガスの組成を分析して、浸炭用の雰囲気ガスの制御、特に雰囲気ガス中の炭素濃度の制御に用いられることはなかった。

(d) 水素センサー

被処理品の表面積や被処理品の表面の酸化の程度が変わった場合、被処理品の浸炭を行う浸炭室を形成する構築材（壁材）を新品等に交換した場合、前記浸炭室内へのリーク量や前記構築材から揮発するガスの量に変化した場合等は、浸炭時における浸炭室内の雰囲気ガス中の水素濃度は大きく変化する。

【0041】

このことを一例をあげて説明する。例えば、一定温度、一定圧力下で一定量の C_3H_8 を導入しながら浸炭する場合、被処理品の全表面積が通常より大きいと、 C_3H_8 が通常より多量に分解されるので、雰囲気ガス中の水素濃度が高くなる。

よって、浸炭室内の雰囲気ガス中の水素濃度を水素センサー等により測定し、被処理品の全表面積が通常の場合と同じ水素濃度になるように C_3H_8 の導入量を増やせば、雰囲気ガス中の炭素濃度を制御できるから、被処理品の浸炭の品質を通常時と同様なものとすることができる。

【0042】

C_3H_8 が分解し過ぎると、被処理品の中心部まで十分に浸炭を施すことが困難となったり、また、被処理品が孔を有する形状である場合は、孔の内面にまで十分に浸炭を施すことが困難となったりすることがある。そのため、 C_3H_8 量を十分に確保するために、このように雰囲気ガス中の水素濃度を測定して雰囲気ガス中の C_3H_8 量を制御することは好ましい。

【 0 0 4 3 】

また、被処理品の浸炭を行う浸炭室を形成する構築材（壁材）を新品等に交換した場合や、前記浸炭室内へのリーク量や前記構築材から揮発するガスの量が変化した場合も、上記と同様に浸炭時における雰囲気ガス中の水素濃度は変化する。したがって、上記と同様に、雰囲気ガス中の水素濃度を水素センサー等により測定し、その測定結果に基づいて適切な水素濃度となるように C_3H_8 の導入量を制御すれば、被処理品の浸炭の品質を正常時と同様なものにすることができる。

【 0 0 4 4 】

なお、浸炭性の制御は、上記のように雰囲気ガスの組成を制御することにより行ってもよいが、浸炭室内の温度や圧力を制御することにより行うこともできる。

また、雰囲気ガス中の水素濃度を測定して雰囲気ガスの組成を適正な値とすれば、スーティングが生じにくいようにすることができる。

【 0 0 4 5 】

水素濃度を測定するセンサーとしては、例えば、電気化学式隔膜水素センサー等があげられるが、水素を測定することができるものであれば、その種類や形式等は特に限定されるものではない。

この電気化学式隔膜水素センサーは減圧下では使用できないため、浸炭室内の雰囲気ガスを採取するか又は別の空間に導入し、 N_2 、 Ar 等のガスにより大気圧まで復圧した後に測定する。

【 0 0 4 6 】

以上説明した酸素センサー、熱伝導度を測定する計器、水素センサーは単独で用いてもいいし、2つ以上を組み合わせて用いてもよい。

なお、真空浸炭法は、ガス浸炭法のような雰囲気ガスの平衡状態のもとでの反応ではないため、ガスの平衡反応に基づいて上記のセンサーにより測定された値を計算して、雰囲気ガス中の炭素濃度を求めることはできない。

【 0 0 4 7 】

よって、スーティングが発生せず、必要最小限の雰囲気ガスで均一に浸炭され

る条件における酸素量，水素量，及び熱伝導度を、上記のセンサーで測定しておくとともに、被処理品の炭素濃度も測定しておく。

そして、浸炭処理を行う際は、雰囲気ガスの酸素量，水素量，及び熱伝導度が上記の最適条件における値と同一の値となるように、温度，圧力，及び雰囲気ガスの組成のうち少なくとも1つを制御するとよい。雰囲気ガスの組成を制御するためには、所望の種類あるいは組成のガスを所望の量だけ浸炭室内に導入して、最適な雰囲気ガスの組成とすればよい。

【0048】

したがって、被処理品の表面積や被処理品の表面の酸化の程度が変わった場合，被処理品の浸炭を行う浸炭室を形成する構築材（壁材）を新品等に交換した場合，前記浸炭室内へのリーク量や前記構築材から揮発するガスの量が変化した場合等のように浸炭の条件が通常の条件と変わった場合には、雰囲気ガスの酸素量，水素量，及び熱伝導度を前述の最適条件における値と同一の値となるように雰囲気ガスを制御すれば、雰囲気ガス中の炭素濃度が制御されて、被処理品の浸炭の品質を通常時と同様なものとすることができる

〔浸炭窒化処理について〕

浸炭窒化処理を行う場合は、上記のような浸炭ガスに NH_3 ， $\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}$ 等のような窒素を含有する化合物を添加したものを雰囲気ガスとして使用して、同様に処理すればよい。なお、浸炭窒化処理の場合は、上記の浸炭処理の場合よりも圧力は高くしてもよい。

【0049】

〔熱処理パターンについて〕

浸炭処理の際の熱処理パターンの代表例を、図1に示す。図1から分かるように、浸炭処理は昇温工程，第一均熱工程，浸炭工程，拡散工程，降温工程，第二均熱工程で構成されている。なお、浸炭工程と拡散工程を2回以上繰り返して行くと、浸炭深さを深くする場合に有効である。

【0050】

昇温工程及び第一均熱工程は、1.4Pa以下の真空中で行ってもよいし、13～67000Paの圧力下、ガス気流中に行ってもよい。なお、このガスとし

ては、 N_2 ， H_2 ， CO_2 ， H_2O ， Ar ， He ， O_2 ，空気等を単独又は2種以上混合して用いることができる。

次に、浸炭工程は、先に詳述したような雰囲気ガス及び圧力のもとで行えばよい。

【0051】

拡散工程，降温工程，第二均熱工程は、1.4 Pa以下の真空中で行ってもよいし、13～67000 Paの圧力下、ガス気流中に行ってもよい。なお、このガスとしては、 N_2 ， H_2 ， CO_2 ， H_2O ， Ar ， He ， O_2 ，空気等を単独又は2種以上混合して用いることができる。

特に、拡散工程を13～4000 Paの圧力下、 H_2 気流中に行うと、被処理品及び浸炭室内の煤が除去されるとともに、被処理品の表面の炭素濃度の調整においても有効である。

【0052】

第二均熱工程が終了し、被処理品を浸炭室から焼入れ室に移した時点で、バーンアウトの目的で、酸素センサー及び浸炭室内にガスを流してもよい。このガスとしては、空気， N_2 ， H_2 ， CO_2 ， H_2O ， O_2 等を単独又は2種以上混合して用いることができる。

なお、本発明の浸炭方法及び浸炭装置は、真空浸炭法に限らず、各種のプラズマ浸炭法にも適用することができる。

【0053】

【発明の実施の形態】

本発明に係る浸炭方法及び浸炭装置の実施の形態を、図面を参照して詳細に説明する。なお、本実施形態は本発明の一例を示したものであって、本発明は本実施形態に限定されるものではない。

（実施例1）

図2は、本発明の一実施形態である浸炭装置の構造を説明する概略図である。この装置は、200 kgの被処理品を浸炭処理できる油槽付きバッチ式真空浸炭装置（浸炭室3内の有効寸法は、長さ760 mm，幅380 mm，高さ350 mm）である。

【 0 0 5 4 】

まず、浸炭装置の構造を説明する。

この浸炭装置は、被処理品 4 を収納して浸炭処理を施す浸炭室 3 と、浸炭室 3 で浸炭処理を施された被処理品 4 を空冷する冷却室 8 と、冷却室 8 により冷却された被処理品 4 を油冷する油槽 6 と、を備えている。

浸炭室 3 と冷却室 8 との間には開閉可能な中間真空扉 9 が設けられていて、この中間真空扉 9 が開状態となったときには両室 3, 8 が連通するようになっている。また、冷却室 8 には開閉可能な前真空扉 7 が設けられていて、この前真空扉 7 が開状態となったときには外気と連通するようになっている。さらに、冷却室 8 の下方には、油槽 6 が連続して設けられていて、被処理品 4 を油槽 6 内の油に浸漬することにより油冷できるようになっている。

【 0 0 5 5 】

また、浸炭室 3 は真空排気装置 1 3 と配管を介して連通していて、真空排気装置 1 3 により浸炭室 3 を真空状態にできるようになっている。冷却室 8 も、浸炭室 3 と同様に真空排気装置 1 3 と配管を介して連通していて、真空排気装置 1 3 により冷却室 8 を真空状態にできるようになっている。なお、前記各配管には真空開閉バルブ 1 0, 1 2 が備えられている。

【 0 0 5 6 】

次に、上記のような浸炭装置を使用して、鋼製の被処理品に浸炭を施す方法について説明する。ここでは、浸炭処理される被処理品の全表面積が通常よりも大きい場合でも、被処理品の浸炭の品質を通常と同様なものにすることができることを説明する。

なお、浸炭室 3 を形成する構築材（壁材）を新品等に交換した場合や、浸炭室 3 内へのリーク量や前記構築材から揮発するガスの量が変化した場合など、条件が通常とは異なる場合も、同様に被処理品の浸炭の品質を通常と同様なものにすることができる。

【 0 0 5 7 】

被処理品 4 は S C M 4 1 5 製の円柱状のテストピース（直径 1 5 m m, 長さ 2 0 m m）で、直方体状の浸炭室 3 の中心部と角部（8 箇所）との合計 9 箇所に、

治具を用いて設置した。さらに、STKM13A製の円筒状のテストピース（外径48.6mm，内径41.6mm，長さ50mm）を、全テストピース（SCM415製のテストピース及びSTKM13A製のテストピース）の全表面積が 5 m^2 となるような数だけ、浸炭室3内に治具を用いて設置した。

【0058】

なお、SCM415製のテストピース9個を浸炭する条件が、通常の浸炭条件である。STKM13A製のテストピースは、浸炭処理される鋼材の全表面積を大きくして、浸炭処理の条件を通常の条件から大きく変更するために用いるものである。

そして、図3に示すような熱処理パターンで、浸炭処理を行った。すなわち、真空排気装置13で浸炭室3内を1.4Pa以下に減圧し、図示しない加熱装置により950℃に昇温した後（昇温工程）、30分間保持した（第一均熱工程）。なお、温度は熱電対19で測定した。

【0059】

次に、真空排気装置13で浸炭室3内を減圧するとともに、隔膜式真空計2と連結したコンダクタンスバルブ11で浸炭室3内の圧力を500Paに自動制御した。そして、酸素センサー20で検出される起電力が通常の浸炭条件における起電力である1350mVになるように、マスフローコントローラ5及び導入バルブ21でその導入量を制御しながら、浸炭室3内に浸炭ガス（ C_4H_{10} ）を導入して、40分間浸炭を行った（浸炭工程）。この時の平均的な浸炭ガスの流量は約5L/分であった。なお、所望により、 C_4H_{10} とともに、 N_2 ， H_2 ， CO_2 ， H_2O ，Ar，He， O_2 ，空気等を単独又は2種以上混合して導入してもよい。

【0060】

雰囲気ガスの組成の制御は、このように酸素センサー20で測定される雰囲気ガス中の酸素量に基づいて行ってもよいが、雰囲気ガスの熱伝導度や雰囲気ガス中の水素量に基づいて行ってもよい。その場合には、例えば、定温度型ピラニー真空計1や水素センサー14を用いるとよい。

ただし、水素センサー14は真空中では使用できないので、浸炭室3内の雰

気ガスを水素分析用容器 1 6 に採取して、窒素等で大気圧に復圧した後に、水素センサー 1 4 で測定を行う。

【 0 0 6 1 】

また、この浸炭装置には、酸素センサー 2 0，定温度型ピラニー真空計 1，水素センサー 1 4 で測定した雰囲気ガスの分析結果を、文字情報，計器の指針，ランプ，ブザー，音声等で示す情報表示装置を設けてもよい。また、スーティングが生じている旨を表示する表示装置又は警報装置を設けてもよい。

次に、圧力を 1 3 3 P a とし、 H_2 を 1 L / 分の流量で 6 0 分間流しながら、拡散工程を行った。

【 0 0 6 2 】

そして、被処理品 4 を冷却室 8 に移し 8 5 0 °C まで冷却し（降温工程）、3 0 分間保持した（第二均熱工程）。なお、降温工程及び第二均熱工程は、1 . 4 P a 以下の真空中で行った。そして、被処理品 4 を油に浸漬して 6 0 °C まで油冷した。

なお、図 2 中の符号 1 5，1 7，1 8 はバルブである。また、隔膜式真空計 2 と連結したコンダクタンスバルブ 1 1 が、本発明の構成要件たる圧力調整手段に相当し、マスフローコントローラ 5 が雰囲気ガス組成調整手段に相当する。

【 0 0 6 3 】

このようにして得られた被処理品 4（SCM 4 1 5 製のテストピース）に関して、有効硬化層深さ（ピッカース硬さ H v 5 5 0 の位置），表面炭素濃度，被処理品 4 及び治具のスーティング状況を評価した。その結果を表 1 の実施例 1 に示す。

【 0 0 6 4 】

【表 1】

	有効硬化層深さの バラツキ (mm)	被処理品及び治具の スーティング	表面炭素濃度の バラツキ (%)
実施例 1	0.05	全くなし	0.02
比較例 1	0.15	全くなし	0.20
比較例 2	0.10	非常に多い	0.10

【0065】

9 個の被処理品 4 の有効硬化層の平均値は 0.85 mm で、そのバラツキ（最大値と最小値の差）は 0.05 mm と小さかった。また、表面炭素濃度の平均値は 0.82 % で、そのバラツキは 0.02 % と小さかった。さらに、被処理品 4 及び治具のスーティングも全く観察されなかった。

このように、浸炭条件が通常とは異なる場合（浸炭処理される被処理品の全表面積が通常よりも大きい場合）でも、通常の条件の場合と同様の高品質の被処理品を安定して得ることができた。

【0066】

これに対して、浸炭工程において雰囲気ガスの制御を全く行わないことを除いては、上記実施例 1 と同様の方法及び装置で浸炭処理を行った比較例について説明する。

比較例 1 は、浸炭ガスの流量が 1 L / 分の一定流量であり、比較例 2 は、同じく 20 L / 分の一定流量である。

【0067】

比較例 1, 2 についても、実施例 1 と同様に、有効硬化層深さ、表面炭素濃度、被処理品 4 及び治具のスーティング状況を評価した。

表 1 に示す結果から分かるように、比較例 1 はスーティングは観察されなかったものの、有効硬化層深さのバラツキが 0. 1 5 m m、表面炭素濃度のバラツキが 0. 2 0 % と、実施例 1 と比較して大きかった。

【 0 0 6 8 】

また、比較例 2 は有効硬化層深さのバラツキが 0. 1 0 m m、表面炭素濃度のバラツキが 0. 1 0 % と、実施例 1 と比較例 1 の間の値であったが、スーティングが激しかった。

(実施例 2)

以下の点以外は実施例 1 と同様にして、浸炭処理を行った。

【 0 0 6 9 】

すなわち、拡散工程の圧力を 1. 4 P a 以下とし、浸炭工程においては、ピラニー真空計 1 で測定される圧力が通常の浸炭条件における値である 2 5 0 0 P a になるようにマスフローコントローラ 5 及び導入バルブ 2 1 でその導入量を制御しながら、浸炭室 3 内に浸炭ガス ($C_3 H_8$) を導入して、浸炭を行った。この時の平均的な浸炭ガスの流量は約 6 L / 分であった。

【 0 0 7 0 】

実施例 2 についても、実施例 1 と同様に被処理品の評価を行った。その結果、有効硬化層深さのバラツキが 0. 0 5 m m と小さく、また、スーティングは全く観察されなかった。

(実施例 3)

以下の点以外は実施例 2 と同様にして、浸炭処理を行った。

【 0 0 7 1 】

すなわち、浸炭工程においては、電気化学式隔膜水素センサー 1 4 で測定される水素量が通常の浸炭条件における値である 0. 4 v o l % になるようにマスフローコントローラ 5 及び導入バルブ 2 1 でその導入量を制御しながら、浸炭室 3 内に浸炭ガス ($C_4 H_{10}$) を導入して、浸炭を行った。この時の平均的な浸炭ガスの流量は、約 5 L / 分であった。

【 0 0 7 2 】

実施例 3 についても、実施例 1 と同様に被処理品の評価を行った。その結果、

有効硬化層深さのバラツキが0.05mmと小さく、また、スーティングは全く観察されなかった。

【0073】

【発明の効果】

以上のように、本発明の浸炭方法及び浸炭装置は、雰囲気ガスを監視し制御しながら浸炭を行うことができるので、浸炭条件が通常とは異なる場合でも、通常の場合と同様の高品質の浸炭を再現性良く行うことが可能で、しかも経済的である。

【図面の簡単な説明】

【図1】

浸炭処理における代表的な熱処理パターンを示す概念図である。

【図2】

本発明の一実施形態である浸炭装置の構造を示す概略図である。

【図3】

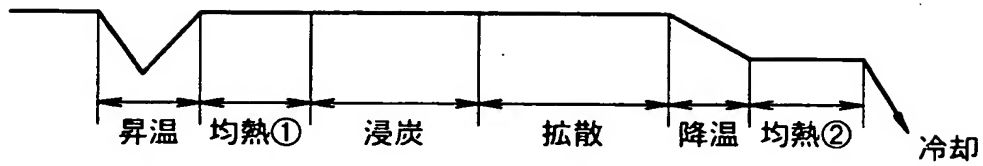
実施例1～3における熱処理パターンを示す概念図である。

【符号の説明】

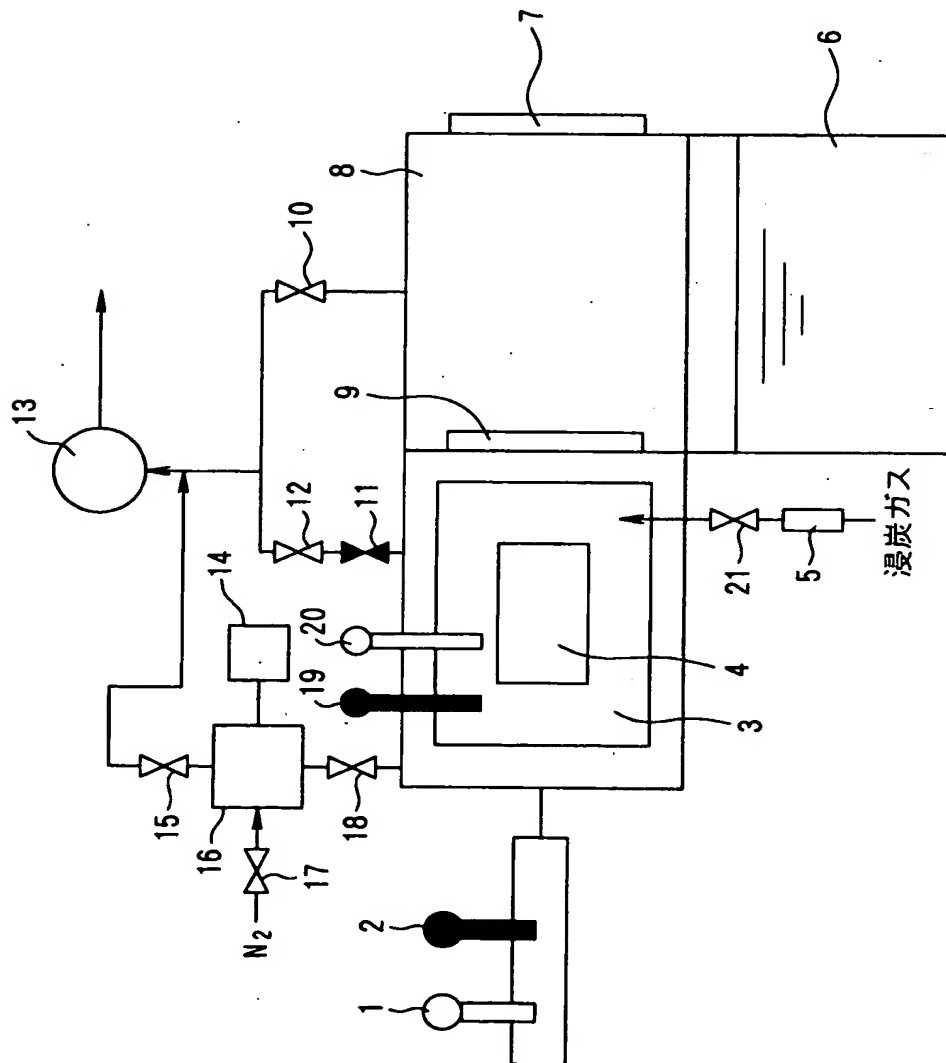
- 1 定温度型ピラニー真空計
- 2 隔膜式真空計
- 3 浸炭室
- 4 被処理品
- 5 マスフローコントローラ
- 11 コンダクタンスバルブ
- 13 真空排気装置
- 14 水素センサー
- 20 酸素センサー

【書類名】 図面

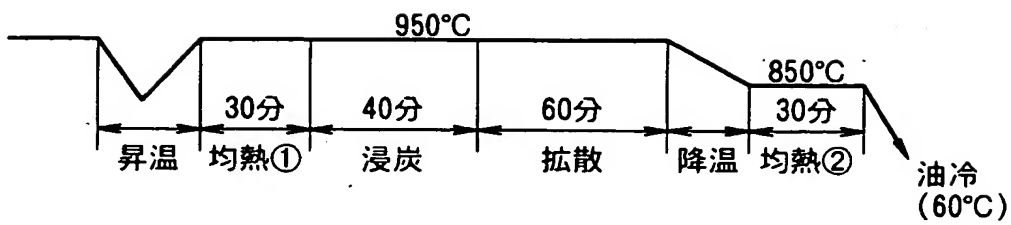
【図 1】



【図 2】



【図 3】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 浸炭条件が通常とは異なる場合でも、通常の場合と同様の高品質の浸炭を再現性良く行うことが可能で、しかも経済的な浸炭方法及び浸炭装置を提供する。

【解決手段】 浸炭期の圧力が13～4000Paで、一酸化炭素の割合が30vol%以下である雰囲気ガス中で浸炭を行う浸炭装置を、被処理品4を収納する浸炭室3と、浸炭期の浸炭室3内の雰囲気ガス中の酸素濃度を測定する酸素センサー20と、酸素センサー20による測定結果に応じて浸炭室3内の雰囲気ガスの組成を調整するマスフローコントローラ5と、を備える構成とした。

【選択図】 図2

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [391024205]

1. 変更年月日 1991年 2月26日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都荒川区西日暮里2丁目25番1号

氏 名 オリエンタルエンジニアリング株式会社